

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-210550

(43)Date of publication of application : 02.08.2000

(51)Int.Cl.

B01J 3/04
B01J 19/12
// C07B 61/00

(21)Application number : 11-013346

(71)Applicant : AGENCY OF IND SCIENCE & TECHNOL

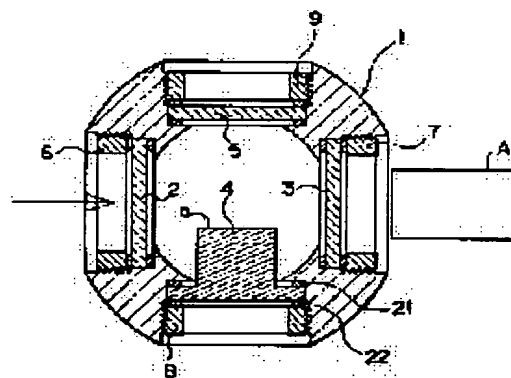
(22)Date of filing : 21.01.1999

(72)Inventor : AIZAWA TAKASHI
SAITO ISAO
HATADA KIYOTAKA
IKUSHIMA YUTAKA
SATO OSAMU
KANAKUBO MITSUHISA
KAWAKAMI TAKANORI

(54) REACTION CELL FOR OBSERVING PHOTOCHEMICAL REACTION**(57)Abstract:**

PROBLEM TO BE SOLVED: To enable a reaction intermediate generated by an excited light to be captured and observed with sufficient accuracy by positioning the inner surface of incident windows for the excited light in a light path or near the light path for an incident observation light, in a reaction cell for observing a photochemical reaction having each incident window for the excited light and an observation light.

SOLUTION: A window 2 on which an observation light is incident and a window 3 from which the observation light goes out, both being formed in a cell body 1, are made of a platelike light-transmitting material, for example, sapphire. When the reaction cell is used, a light path for the observation light is formed between the windows 2, 3. An incident window 4 for a excited light is arranged in the notched part of the side wall of the cell body 1 in a direction orthogonal with the light path for the observed light, and an outgoing light window 5 is arranged in the notched part of the side wall of the cell body 1 opposite to the window 4. The incident window 4 for the excited light is formed of, for example, a stepped sapphire window or the like and its inner surface (a) is positioned in the light path for the observation light or near the light path. Thus it is possible to certainly capture and observe a reaction intermediate which a photochemical reaction gives rise to.

**LEGAL STATUS**

[Date of request for examination] 21.01.1999

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3007966

[Date of registration] 03.12.1999

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-210550

(P2000-210550A)

(43) 公開日 平成12年8月2日(2000.8.2)

| (51) Int. Cl. ⁷ | 識別記号 | F I | テーマコード(参考) |
|----------------------------|------|---------------|-------------|
| B 0 1 J 3/04 | | B 0 1 J 3/04 | H 4 G 0 7 5 |
| 19/12 | | 19/12 | D 4 H 0 0 6 |
| // C 0 7 B 61/00 | | C 0 7 B 61/00 | D |

審査請求 有 請求項の数 2 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平11-13346

(22) 出願日 平成11年1月21日(1999.1.21)

(71) 出願人 000001144

工業技術院長

東京都千代田区霞が関1丁目3番1号

(72) 発明者 相澤 崇史

宮城県仙台市宮城野区苦竹4-2-1 東

北工業技術研究所内

(72) 発明者 斎藤 功夫

宮城県仙台市宮城野区苦竹4-2-1 東

北工業技術研究所内

(74) 指定代理人 220100047

工業技術院東北工業技術研究所長 (外1名)

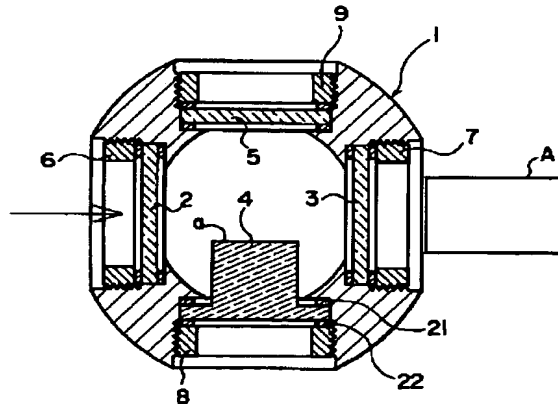
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 光化学反応観測用反応セル

(57) 【要約】

【課題】 光化学反応観測用反応セルにおいて、励起光により生成される反応中間体を十分正確に捕捉観測することのできる反応セルを提供する。

【解決手段】 励起光の入射窓と観測光の入射窓を有する光化学反応観測用反応セルにおいて、該観測光入射窓から入射される観測光の光路上又はその近辺に該励起光の入射窓の内側表面を位置させたことを特徴とする光化学反応観測用反応セル。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】 励起光の入射窓と観測光の入射窓を有する光化学反応観測用反応セルにおいて、該観測光入射窓から入射される観測光の光路上又はその近辺に該励起光の入射窓の内側表面を位置させたことを特徴とする光化学反応観測用反応セル。

【請求項 2】 セル本体と、該セル本体の一方の側面に形成された観測光入射窓と、該観測光入射窓と対向するセル本体の側面に形成された観測光出射窓と、該観測光の入射窓と出射窓との間に形成される観測光の光路とほぼ直交する方向に位置する一方のセル本体側面に形成された励起光入射窓と、該励起光入射窓と対向するセル本体の側面に形成された励起光出射窓を有し、該励起光入射窓の内側表面を該観測光の光路上又はその近辺に位置させたことを特徴とする光化学反応観測用反応セル。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、光化学反応を観測するために用いられる反応セルに関するものである。

【0002】

【従来の技術】溶液中で高圧条件下で起る光化学反応を観測するためには、反応セルが用いられる。この場合、その反応セルとしては、耐圧を考慮して、通常、円筒型セルが用いられる。しかしながら、従来の円筒型セルの場合、励起光により生成される反応中間体を十分正確に観測しているものということはできなかった。なぜならば、光化学反応は励起光の入射窓近辺で最も多く起るが、従来の円筒型セルの場合、観測光の光路は、その励起光の入射窓より相当にはなれていることから、その励起光入射窓近辺で生成する反応中間体を十分には捕捉観測してはいないからである。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、光化学反応観測用反応セルにおいて、励起光により生成される反応中間体を十分正確に捕捉観測することのできる反応セルを提供することをその課題とする。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明者は、前記課題を解決すべく鋭意研究を重ねた結果、本発明を完成するに至った。即ち、本発明によれば、励起光の入射窓と観測光の入射窓を有する光化学反応観測用反応セルにおいて、該観測光入射窓から入射される観測光の光路上又はその近辺に該励起光の入射窓の内側表面を位置させたことを特徴とする光化学反応観測用反応セルが提供される。また、本発明によれば、セル本体と、該セル本体の一方の側面に形成された観測光入射窓と、該観測光入射窓と対向するセル本体の側面に形成された観測光出射窓と、該観測光の入射窓と出射窓との間に形成される観測光の光路とほぼ直交する方向に位置する一方のセル本体側面に形成された励起光入射窓と、該励起光入射窓と対

向するセルの側面に形成された励起光出射窓を有し、該励起光入射窓の内側表面を該観測光の光路上又はその近辺に位置させたことを特徴とする光化学反応観測用反応セルが提供される。

【0005】

【発明の実施の形態】本発明の反応セルは、各種化学反応を観測するための反応セルとして用いられるが、特に、高圧条件下で起る溶液中の反応を観測するための高圧反応セルとして有利に用いられる。この場合の圧力条件には、常圧、減圧及び加圧の条件が包含され、その上限値は、60MPa程度である。本発明のセルは、好ましくは、超臨界条件や超臨界条件に近い亜臨界条件下での反応の観測に有利に適用される。

【0006】次に本発明の反応セルを図面を参照しながら説明する。図1は、本発明の反応セルの1つの実施例についての説明断面図を示す。図1において、1は反応セル本体、2は観測光入射窓、3は観測光出射窓、4は励起光入射窓、5は励起光出射窓、6～9は窓固定具を示す。

【0007】セル本体1は、ガラスやサファイヤ等からなる4つの窓1～4と、インコネル等からなる円筒体の4つの窓2、3、4、5の設置面に対応する周面を切欠きした構造体から構成される。観測光が入射する窓2及び観測光が出射する窓3はいずれも板状の光透過性材料、例えば、サファイヤから構成される。これらの窓の材料及びその厚さは、セル内の圧力に耐え得るように選定される。観測光が入射する窓2は、セル本体側壁の切欠き部に付設され、その対向する側壁切欠き部には観測光が出射する窓3が付設されている。反応セルの使用に際しては、これらの窓2と窓3との間には観測光の光路が形成される。この場合の光路の断面積は、 $0.2 \sim 1.0 \text{ cm}^2$ 、好ましくは $0.28 \sim 0.50 \text{ cm}^2$ である。一方、前記観測光の光路とほぼ直交する方向のセル本体1側壁の切欠き部には、励起光（反応を起させる光）の入射窓4が付設され、その窓4と対向するセル本体の側壁切欠き部には出射窓5が付設されている。励起光の入射窓4は、例えば、段付きサファイヤ窓等からなり、板体部11とそれに連設された柱体部12とから構成され（図2参照）、その窓の内側表面a（柱体部12の底面）は、観測光の光路上に位置するか又は光路近辺に位置する。光路近辺に位置する場合、その窓の内側表面aの位置は、その光路の側端面からの距離で、 0.5 mm 以内、好ましくは 0.1 mm 以内である。

【0008】窓2～5の形状は、その平面形状で、円形や長方形等の形状であり、一般には、セル本体1に形成された切欠き部の形状に対応する。図1において、6、7、8、9は窓固定蓋であり、これらの窓固定蓋は、インコネル等の材料を用い、旋盤により作製される。

【0009】図2に、窓として段付き窓（窓4）を用いた場合の窓の取り付け説明図を示す。図2において、2

1、22はOリングを示し、4は段付き窓を示し、8は窓固定蓋を示し、23は窓固定蓋専用締め付け具を示す。Oリングは使用する圧力に応じてテフロンや金等を用いる。他の窓2、3及び5の場合も、同様にして取り付けることができる。

【0010】図3に反応セル本体1に液注入部材と液排出部材の取り付け説明図を示し、図4にそれらの液注入部材と液排出部材とを取り付けた反応セルの斜視図を示す。図3及び図4において、31は液注入口、32はOリング、33は液注入部材、34は液注入管、41は液排出口、42はOリング、43は液排出部材、44は液排出管を示す。

【0011】本発明の反応セルを用いて溶液中の反応を観測するには、図4に示すように、液注入管を介して反応溶液をセル内に注入する。次に、このセルを測定装置に装着固定化して、観測光を窓2から入射させ、セル内の溶液中を通過させ、窓3から出射させ、その光を検出器により検出し、分析する。一方、励起光は、窓4から溶液中に入射させ、溶液中に吸収させた後、残光を窓5から出射させる。前記のようにして、セル内溶液中において光化学反応を行うときには、その励起入射窓4の内側表面a近辺において光化学反応が最も多く起るが、本発明のセルの場合には、その励起光入射窓4の内側表面aが、観測光の光路上又はその近辺に位置することから、その光反応により生じる反応中間体を確実に捕捉観測することができる。なお、検出器Aは、観測光の種類等に応じて適宜のものが用いられる。このようなものには、例えば、分光器とストリークカメラの組み合わせや、分光器と光電子増倍管の組み合わせ等が含まれる。

【0012】本発明の反応セルは、各種の溶液反応を観測するのに適用される。例えば、光反応を紫外吸収分光法で観測する場合や、可視吸収分光法で観測する場合、赤外吸収分光法で観測する場合等に適用される。次に、本発明のセルを用いた光化学反応具体例を示すと、本発明*

* 明セルを用いることにより、超臨界二酸化炭素中のベンゾキソンの励起状態の紫外可視吸収を測定することができた。また、超臨界二酸化炭素中のジベンジルケトンの光分解反応の反応中間体であるベンジルラジカルの紫外可視吸収を測定することができた。

【0013】

【発明の効果】本発明の反応セルを用いることにより、光化学反応で起る反応中間体を確実に捕捉観測することができる。

10 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の反応セルの1つの実施例についての説明断面図を示す。

【図2】窓の取り付け説明図を示す。

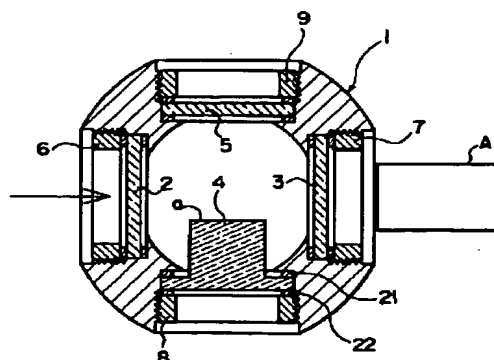
【図3】反応セル本体に液注入部材と液排出部材の取り付け説明図を示す。

【図4】液注入部材と液排出部材とを取り付けた反応セルの斜視図を示す。

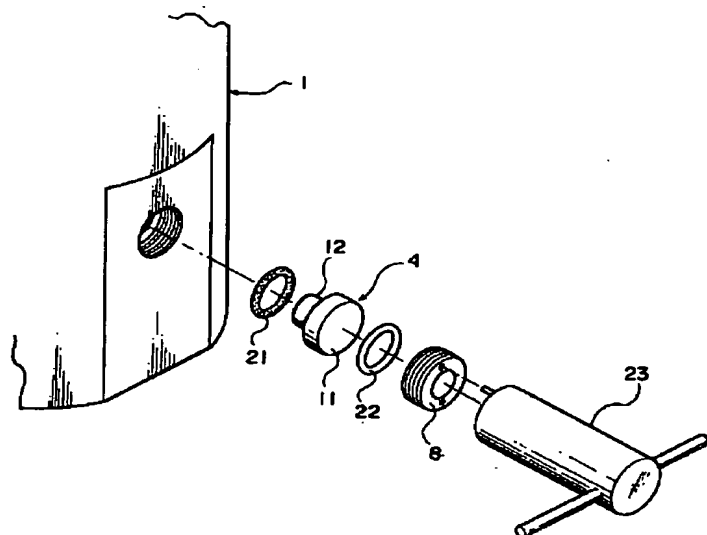
【符号の説明】

- 1 セル本体
- 20 2 観測光入射窓
- 3 観測光出射窓
- 4 励起光入射窓
- 5 励起光出射窓
- 6~9 窓固定蓋
- 21、22 Oリング
- 23 窓固定蓋専用締め付け具
- 31 液注入口
- 32 Oリング
- 33 液注入部材
- 30 34 液注入管
- 41 液排出口
- 42 Oリング
- 43 液排出部材
- 44 液排出管

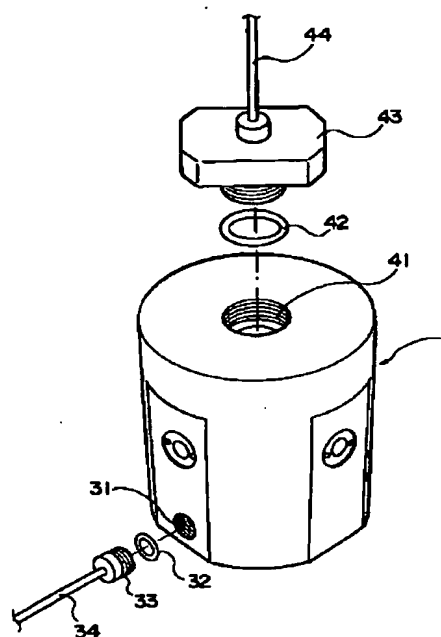
【図1】



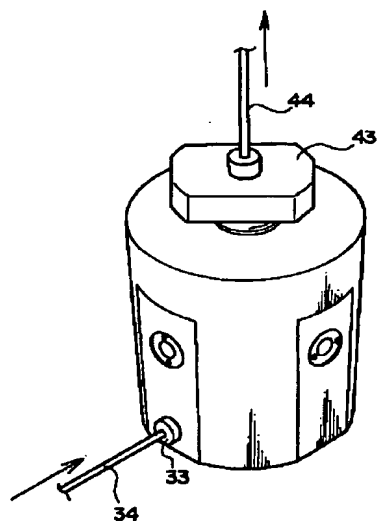
【図2】



【図3】



【図4】



フロントページの続き

(72)発明者 畑田 清隆
宮城県仙台市宮城野区苦竹4-2-1 東
北工業技術研究所内

(72)発明者 生島 豊
宮城県仙台市宮城野区苦竹4-2-1 東
北工業技術研究所内

(72)発明者 佐藤 修
宮城県仙台市宮城野区苦竹4-2-1 東
北工業技術研究所内

(72)発明者 金久保 光央
宮城県仙台市宮城野区苦竹4-2-1 東
北工業技術研究所内

(5)

特開 2 0 0 0 - 2 1 0 5 5 0

(72)発明者 川上 貴教

宮城県仙台市宮城野区苦竹 4 - 2 - 1 東
北工業技術研究所内

F ターム(参考) 4G075 AA65 BA04 EB31 FB02 FB06
FB12 FC04
4H006 AA02 AC90